

DT 2340 743

PAGE 5/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

harseburg, dem 13. 6. 1973 Disohr/k

2340743

P 23 40 743.4

P. 7122/7123

Farfahren sur Herstellung von Polymerlegierungen

Winglesount mit verschiedenen Termonomeren bei Brücken oberhalb nerlegieringen ans Euse., Co. und Terpolynerissten des İthylens Es ist beinnat, Rome-, Co- and Parpolymerisate von Athylen und the Erindung behrifit ein Verfahmen zur Hersfellung von Poly-500 at und Temperaturen von 100 bis 400 °G berswetellen.

ofer nebreren Biallen entleng den Beaktor sannführen. Nach dideen -copolymerisation was ithylen Manonemen en Bingang und an einem ferfalmen werden Pfropfinischpalymere hav. Mechnolymare herge In 1st weiterbin bekennt, bet der Koubdraalpolynerisation und

FAX No. 704 331 7707

Durch die Copolymerikation und die Propimischgelymerisation lassen tigung su haben. Ans dissem Grunde werden bekannterweise Polymerminschten inwendungsgeblote Plaste mit optimaler Rignung sur Terschaften über einem weiten Bereich varhieren. Die Fälette der Ho legierengen durch Compoundieren won Polymeren hergestellt. Diese modificatorten Folymeren reloht jedoch nicht aus, un für alle gesick 00-, Ter- und Percyfinischholymers herstellen, deren Miserrareinigan die Niganschehden der Ausgangspolynere in eich.

409815/1042

PAGE 6/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

LP 7122/7123

2340743

Re ist anch dexemnt, das Do- und Terpolynerdeste durch Compoundieren der entsprechenden Polymeren so Polymerlegierungen.

beitet werden kinnen.

Mechtellis ist debel, des durch die Weitervererbeitung ensätzliche Restan entstahen und die so erheltenen Folymanlegierungen off Higgel in der Honogenität aufweisen.

Co- und Terpolymenisaten von Lthylen, insbesondere suiche mit Vinglacetete, während des Folynorisa. he bestend comit die Aufgabe, ein Verrahren sur Herstellung von Track der Erfindung ist es, Polymerlegierungen unter Vermeidung des unökonomischen Schrittes der Bachvererbeitung berzunfellen. Polyseriegierungen ans Houc-,

tionspromeses su entwickeln.

van 100 bis 400 °0 in Gegenwart von unter diesen Hedingungen freie Jthylan oder Ithylan und Tinglacetat und einem meiteren iemoseren. dag alterriberand mit Ithylen und/oder Virglacetat polymerisationsfibig 1st, oder gegenüber Atmylan und Vinylauetat eine wesentlich Diese Artgabe wird dadurch selbet, das die Ecmo-, do- und Terpolyhöhnre Barktivität als mindestens sins disser baiden Komponenten nerisation des Kalylens, insbesondere mit Vinylacetats und einer weiteren Komponente bei Drücken oberbalb 500 at und Bemperaturen Raditrals bildendem Initiatoren und gegebonenfalls Kettenreglern in einem Issischenreaktör erfindingsgrædik so durödgeführt vird, das men in einer der beiden Sonen ein Gemisch aus

PAGE 7/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

EAD OPPOINT

408818/1042

234074

IP 7122/7123

besitst, bei irficken von 1200 inte 3500 at und Temperatumen von 100 bis 350 % polymerisiart, und daß man in dar anderen dar beiden Reskijonssenen nach erneuter Bestjonsgasmilder.

4) Athylan oder ein Gemisch aus Athylan und einem weitenen Momonarm oder, Ialis in der ersten Renktionssone ein Vinylanetet anthaltendes Bestkamsganisch eingesetzt wird.

b) Athylen and Tinglacetet oder Athylen, Tinglacetet und ein weiteres Koncesres,

das alternierend mit Kihrlen und/oder Vinylacetat polymarisationsfühlg ist oder sine vesentilch höhers Rasktivität als mindestens sine dieser Korgonenten besitst, bei Dribben von 1150 bis 3450 at veiterpolymerisiert, wohel die merdnele Besktionsterpsratur 1 bis 100 °O höher ist als in der ersten Besktionstense und das Ebivenhältnis des in der jeweiligen Besktionsams eingesstaten Ktüylens Virylacetet 100 : 1,5 bis 100 : 35 und das Molverhältnis des Ebiylens : weiteren Mondagen 100 : 0,0% bis 100 : 7 beträgt.

in Inde jeder Reaktionszene ist das neben Äthylen und Yinylacetat dingesetzte weitere Monomore nahezu volletändig in das Rexpolymore eimpolymerisiert. Lis alterniowend polymenialerebbss Monomeres wind nach dem erfin dangspenissen Verfahren vorsugereise Malainsforseniptid verwendst.

Die Konsentration des alterniorend polymerisierenden Monumeren berröge vorsugeweise 0.05 mis 10 Moi.-%.

•

PAGE 8/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

7

2340743

LP 7122/7123

Als meiters Monomers, die gegenüber ithylen und/oder Finylacetat eine wasentlich böbers Besktivität besitzen, können vorteilheft Verbindungen eingesetzt werden, deren Verbälfnis der r-Verte

Extracted and/oder Tringlacetet (0,004 1st

Monomers, die sich besonders gut sur Hertellung von Folymerlegierungen nach den erfindengegenäßen Verfahren eignen, sind x.B. n-Butylacuylat, Methylacuylat, Vinylidenchlorid, Bethylmetheoxylat, n-Butylacthacuylat, Accylatif, Isopropylacuyland, Phanylasthacuylenid, Methacuylature, t-Butylmethacuylat und bes. oder Athylaccylat.

Die Konsentration Meser verwendeten weiteren Konomeren beträgt swechnäßigerweise D.1 bis 2,9 Kol.-% des Gesenfährjens der je-reiligen Zons.

Nack der jewelligen Resktionszone soll die Boektion abgesphlossen sein. Geringe Restrongen des eingesetzten Konzeren unter O.O. Gew.-# des Gesantmongeren beeinflusien die Eigenschaften des in der neckfolgenden Esaktionssone gebildeten Polymeren nicht. Die Engabe der Permonemenen enfolgt am Mingeng den jewelligen Beaktlonesone gemeinsem mit den Ghrigen Beaktlonspartnern oder gebrennt daven. Hie kenn aber auch sol enfolgen, daß des weltere Monosene in geringer Konsentration am Mingang sowie an welteren Bfellen der Reaktlonssone sugegeben wird, do daß dessen Konsentration seitgebond konstant bleibt. Dederch verden Polyzerlegio-

PAGE 9/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

TANGEDINIO CHE

rungen susgarejohneter Homogenität erhalten.

LP 7122/7123

functionally Verbindunger, die wesentlich schnaller als Athylen Neben den bereits genannten Monomeren werden such nehr als biind coder Virglacetat polymerisieren, verwendet.

warden sollen, wobel es su einer starken Herabsetsung des Bohnelswern Polymentsate mit einen höheren Vinylaceratgehalt hergestellt ten Doppelbindungen, Allylverdindungen und solche nit sur CO-daug indexes knumt. Solehe Verbindungen sind Konomers mit konjugiers ps et -etändigen Doppelhindungen, B.B. Hexadien-1,5, Diallylglyed), Hallyladipat, Allylaczylat, Clykoldiaccylat und Cykoldi-Der Einsets dieser Verbindungen ist besondere denn erocknällig, methacrylate.

tragerstrumg in der 1. Beartlansons zu jolywaristeren, venn eine es sich ersiesen, das Realtionsgandsch mit der grönten Kattenüberwene gleiche oder verechiedene Verbindungen sein. Als günstig bar tergleichbere ibigerichteverteilung in beiden Zonen erhalten ver-Dis weiteren Monoseren können in der ersten undereiten Beaktionsden soll.

Me Polyserdestion mit diesen Verbindungen wird vorzugsweise mit ionsentrationen van 0,005 bis 1 Bal.-4, der biimktionellen Veroindung, besogen auf den Besantäthylengebalt der jewelligen ektionszone, durchgeführt

400816/1042

BAD ORIGINAL

409816/1042

2340743

TP-7122/7123

des Cesentaconousrengebultes. Gesignete Initiatoren sind z.B. Azobildende Initiatonen, n.B. Sameretiff, Percaide, Asoverbindungen und Gruische demosiben in Konzentrationen von 0,001 bis 1 Gew.-A perbensont, t-Butylpersoctat, t-Butylperpivalat souls daren Gethe Initioring der Polyaerisation errolgt durch freis Radikala bisisokukyrunitrii, t-Butylperoxid, Dilaureylperoxid, t-Butylatsche.

davon an Ringang das Realitons odsn an nahrensn Stellon davon, vor-Me Initiatoren können gezeinsam mit den Monomeren oden getrennt zagswelse an Amfang dar beiden Resktiomsychen, sugegeben werden. Resonders vorteilhaft ist es, venn man die initiatoren so kombinisrt, dal die einselnan Peroxide bei den unterschiedlichen Remageraturen im Reaktor mecheimander gerfallen.

tsoimisals Inderungan in dan üblichen, für die Bockdruckpolymeriasis Lettenregler verden vorsugsweise Propen und/oder Buten, sowie ling der Polymerlegierungen nach alesem Veufahren ohns aufwendige als Destruggar wirkends Ketons, Aldebyds oder Pologens verwendet. Homogenität anf. Hach dissem Verfahren Külmen Polymerlegienmeen tion oder -copelymerisation von Athylen versendeten Rommeskto-Die Vorteelle des erflindungsgenähen Verfahrens engeben alch vor Terrahma hangustallron Polynerikejerungen eine aungereiokasta Compoundisturg, Von besondern Vorbeil ist on, deß die Herstelallen sus der kinsparung des Arbeitsgengs der nachtrüglichen res direngediller werden kepn. Ferner reisen die nach diesem

PAGE 11/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

2340743

i

1.P 5722/7123

hergestellt worden, die sich als lichtinstiam von Terpolymeren, bestellt worden, vinylacetat und einem oben beschriebenen weiteren konomeren mitelnander oder einen Terpolymeriser uit Ithylen-Vinylacetut-Copolymena suffasson lassen. Debei ist es in der Megel ohne Bedeutung, welche der Ingierungskonponenten in der meget brw. sweiten Reakilonszone erseugt eind.

Mach diesem Verfahren lessen sich sownil Legierungen herrtellen, die sich aus swei Komponanten mit vergleichberen Molekulargewicht gussummensetzen, als anch Bolche, bei denen sehr große Unferschlede im Wolchnlargewicht der Legierungspertner bestehan. Leiztere, die sich durch eine besonders hohe Spannungerißbestfänligkeit und verbeseertes Hlesborhalten auszeichnen, erhesbertes Hlesborhalten auszeichnen, erhält san besonders einfach, wenn eine der Folymerkomponenten unter Verwendung eines mehr als bifunktionellen kononeren hergesfreilt wird.

hie nach dissen Verfehren hargestellten Produkte lassen sich wie die durch Gespoundierung hargestellten Polymerlegierungen veren-beiten und Verwenden. Diese Polymerlegierungen werden vorsugsweise nach des Extrusions- und Spritzgusverfehren su Profilen, Hehlkörpern, Flatten, Polien und Bohren verarbeitet. Andere legierungen, vorzugsweise solche, die Aorylete oder Methaczylefure enthalten, stollen ausgessichnete Echmelrkleberkongementender.

Die Brindung wird an Hand einiger Deispiele näher erländerte

PAGE 12/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

als Initiates wird eins 2,75 %ige Dilauroyiperoxidiösung in Parei-

had einem Ernek von 2400 at.

findl em Eingang der jewalligan Beartionssome sugogeben, die so

benessen wird, daß die angegebenen femperaturen erreicht werden (2,0 Ms 2,2 1/2 and Lone). Is entstehen standilch 55,5 % eines

an hourly

CLARIANT CORP LEGAL MAR-24-2004-WED 04:17 PM

being. from cuft

2340743

12 7122/7123

Beispiel 4:

ratur von 70 °0. Der Mantel des Rohrreakturs wird in belian Sonen Monomergenisch haf vor der Minführung in den Reaktor eine Tenps-Ser berchithrung der Polymorisation bediest wan sich einer komti-Itiglen und 72 le Vinglacetat an Ringeng des Beaktors zugegeben. in der 1. Reaktionszope und bei 164 06 in der 2. Beaktionssope nwierlich erbeitenden Polysorisationseinheit, deren Hohrneaktor eine Lings von 240 m desitat. Er ist als Rochifruckfloypespantel-Die Polymenisation exfolgt dei Maximaltenperaturen von 156 °0 withrend in dem Bingeng der 2. Besitionsnons 306 ig Kinylen, 70 Vinylacetat und 2,4 kg Mathacuylaänre eingespelst werden. Das rour eusgefürrt und in 2 Zonen unterschiedlichen Burchmesserm In die 1. Beaktionszone wird stündlich ein Gemisch von 316 kg sm Beilsnauser einer Temperatur von 143 °C durchströufe. her Mentel wind mit Helbmasson beschickte. interrelit.

891 der amendungstechnischen Ausprillung ergab sloi, das das Polyners ein auszereichneter Hafbrermittier für die Mosstruston von Tirglasstate and 4,2 Cor.-# Bethecylestars.

409816/1042

Polymeren wit einem Gehmelwinden von 3,5 g/10 min bei 190 °C und

edosa Medisa van 0,938 g/an³. Das Bolyuore extibilit 17,5 dos₁-F

Kustatoffan 1ste.

PAGE 13/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

THE OFFICENCE.

LP Prazmas

Belepial 2s

schedebenen Polymerisationseinheit werden stündlich 312 t Ithylen in den kingang der beiden Renktionsronen der im Beispiel 1 be-

Das Polymere hant bevorengt am Extrusionsvererbeitung su Robren, Sohläuchen, Fittings usv. nit erhähter Bestigkeit und thermischer steben stindlich 96 k Polymerss nit einen Schwelninger von O.8 &/ 10 min bet 195 % und siner Bichte von 0,935 g/un3. Des Polymers enthait 10,4 tem.- Highecotat, 2,9 tem.-fi F-leopropylanylanid ratur you 186 beme 190 od in belden Somen erreicht wind (2,0 bis oxidiosong wird so benessen, das eine gisiopaksage Maximaltempeund 38 % Vinylacetat eingespeist. Zusktalion werden atündlich in len Eingeng der 1. Reektlonszons 1,5 % Mothacrylsenre und in den 2,2 1/h und Zons). Bei der kontinuierlichen Polymerientiun entbilamoglyeroxid in Paraffindi durchgeführt. Die Menge der Forsweiten Beaktionssone unter Zusatz einer 2,75 %igen lösung von Semperatur von 70 °Ca. Die Polymenisation wird unter 2400 at bei Hingang der 2. Heaktionskons 2,25 kg f-Inopropylaorylanid sugsderinglysamperaturen von 186 ^og bess. 190 ^og in der ereften bor. go the Managargamisch hat vor der Dasierung jeneils eine Beständigkeit, verwander werden. und 1,9 Gew.- p Methacrylsäure.

Batapiel 3:

scotat eingespeist. In die 2. Zone verden stündlich 298 is Stirglen . Resistionszone werden stündlich 312 h Athylen und 216 h Tinylsourisbens Polymeriastionseinfisit vervendat. In den Hingang der Zur Durchführung der Polymarisation nird die in Beispiel 1 ba-

PAGE 14/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

130

IP 9122/7123

2340743

and 206 g vinylacetat singeführt. Davom entfallen 70 % sind den Hingang dar 2. Zobe und 30 % worden gleichmäßig auf 6 seitliche Binspeisstellen verteilt zugeführt. Gleichzeitig alt dem am Bingang der 2. Reaktionssobe sugegebenen Monomargemisch werdem 0,5 is Diallylgipkol zugegeben, wählend uit dem Beaktionsgas der seitlichen Binspeisstellen je 0,25 k Diallylgipkol zudoslart worden. Des Reaktionsgas hat eine Henperatur von 70 °C. Der Mantel des Reaktions wird in der 1. Zons von Helbreiser von 125 °C und in der 2. Zone von 138 °C durchströut.

pis Polymerisation erfeigt bei 3500 at und einer faximaltemparatur yon 148 °C in der 1. Zone und 165 °C in der 2. Zone. Als Initiator wird eine 2,75 siga Illauroplperoxidiösung in Paraffinöl verwendet. Bei der Polymerisation entsteinen 117 kg Polymerisa pro Stunda nit einem Schnelsindex von 108 g/10 min bei 190 °C und einer Brunda ist einem Schnelsindex von 108 g/10 min bei 190 °C und einer Dichte von 0,957 g/cm³. Des Polymere enthält 39,0 Gew.-A Vinylacetet. Des so hergesteilte Polymere läbb sich sehr vorteilbaft els Kompomerte zur Herstellung von schlagzähen Polymin Polymere Elseben. Planten purch Vullenisation kunn es su hochtemperaturbeständigen Flasten vermeheitet werden.

Beispiel 4:

His Polymerisation wird in dem im Belapisi 1 baschrisbenen Folymarikationgresktor durbugaführt. In den Bingeng der 1. Zone werden 311 kg Athylen, 144 hy Virylanetatund 1,5 kg Maleinsäursaanhydrid pro Strude eingespeiet. Eum Reade-

409816/1042

PAGE 15/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

TAND OFFICENAL

409816/1042

MAR-24-2004-WED 04:18 PM

E 7122/7123

nochosis 302 t kinylen und 137 ts Vinylacetat rugesetzt. Die Tempe ratur des Monomergemisches ist 70 °C. Die Beilbausertemperaturen 2340743 tionsprombt der 1. Sone werden pro Stunde singangs der 2. Some betragen 135 og für die 1. bar. 138 og für die 2. Zoms.

1,5 6em.-F Baleineäuveankydrid einpolymenisiart. Is ist besondert earden am Bingang der javeiligen Baaktionssone gatrennt von Konoena 157 of far die 1. bes. 158 of für die 2. Eque. Als Initiator 2. Fone eingespelst (3 filgs Lösning von Hilsuroylyeroxid in Parafi findi). Die eingespeiste Menge wird jeweils so bemessen, daß die goodgnet sum Beschichten und sur Benstollung von Verbundmeterial meren 2,3 bis 2,5 1/b in die 1. Jone und 2,5 bis 2,7 l/h in die de Polymerisation erfolgt bei 2400 at und Marinaltemperaturen set dieser Polymeniaution erbstehen 99 k/h Polymeres wit einem 0,956 g/cm3. Las Polymere enthalt 29,5 dem.-A Finglanctat und Schmelzinder von 87 g/10 min bei 190 °6 und einer Dichte von angegebenen Marinaltemperaturen erreicht verden. dares estatus in in institut destata

CLARIANT CORP LEGAL

Beingdel 54

p-Butylæcrylat sageführt. Davon marden 70 % en Beaktoreingang und In die 1. Beskildnerode verdon stilndlich 324 k lithylen und 7,2 k 30 % illon settliche Kinspeisstellen in deu Reeltor eingebrecht. Die Hingangstamperatur das Beaktorgenisches beinägt 70 ⁹6. **Der** Mentel des Reaktons wird mit EsiBrasmer von 184 Oo beschiokt

PAGE 16/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

40981671042

12 =

IP 9122/7123

.

2340743

Dis Polymerization erfolgt bel einem Druck von 1630 at unter ginbalten einer Mariasltenperatur von 242 °0.

an Baginn der 2. Reaktionsrone werden dem die 1. Beaktionsrone verlassenden Reaktionsgezisch 298 m Ithylen einer Temperatur von 70 °C sugesetst. Die meximale Reaktionstemperatur der 2. Reaktionssone beträgt 226 °C.

Die Folymerisation wird durch eins 3 Rige Lösung von t-Butzlperbenzoat in Paraffinäl initiiart. In jede Zone werden davon
2,2 1 am Bingang der joweiligen Reaktionssone getreunt von Monomenen andestart. Die image ist so benessen, faß eine gleichbleibende Reaktionstemperatur genährleistet ist.

Bei der Polymerisation werden stündlich 109 kg Produkt mit einem Echmelzinder von 4.4 g/10 min bei 190 Bo und einer Dickte von 0.927 g/om³ bergestellt. Das Polymere entbält 6.4 Gew.-% n-Butyl-sorylet.

lie anwendungstechnische insprüßung seigte, daß das Folymane. 1.B. sur Berstellung von Hahlkönyern u.a. Spritzgoßertikeln mit gegenüber Polyätkylen verbesserter Spamungsriß- und Tielteupereturbeständigteit geeiget ist.

Beingiel 61

Den in Beispiel 1 beschriebenen Besktor werden stündlich in der 1. Bestitonszons 306 m Külylen, 70 % dayon su Resktoreingeng und 30 % über 6 seitliche Elnepelestellen sugoführt. Zusätzlich werden

PAGE 17/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

- CF

9122/9123

2340743

stindlich am Reaktoreingang 0,3 kg und an jedor seitlichen Binspeisstelle 0,15 k Methacrylahuns rugsésitre In die 2. Backtionszone werden den die 1. Besktionssone verlessenden Besktiouegenisch stündlich weitere 294 k kiluylen is gleichen
Verhältnis wie in der 1. Zone en Besktoreingeng und den seitlichen
Binspeisstellen eingegeben, sowie 1,2 k und je seitliche Einspeisstelle 0,6 k t-Buiylnathaorgiet sugesetst.

Die Kinylentemperaturen betragen vor dem Bingeng 70 °C. Die Heilfwiebeartempereturen sind 219°C in der 1. Baaktionssone und 198 °C in der 2. Beaktionszone.

Die Polymenisation erfolgt bei 2400 at und Harimaltenjersturen von 258 Pg in der 1. Zone und 225 Pg in der 2. Zone. Als Initiatormerden jewelle am Kingung der Hemitiomssone in die 1. Zone 2,4 1/h. und in die 2. Zone 2,2 1/h. siner 0,5 %igen t-Butylperbensostlösung in Parafilmöl en sudoslert, daß die angegebenen Besktlonstemperaturen gebelten werden.

ion erbilt stindiloh 113 m Polymeriset alt einen Sohmeleindez von 1,4 g/10 min bet 190 °C und einer Dichte von 0,926 g/gm², das 4,2 Geu.-Z p-Butylmethacrylet und 1 Gev.-Z liebbacryleäure euthalt.

hes Polymerisat ist s.B. sur Esrstellung von Polien gestinnat, die slob durch eine susgessichmete Zähigkeit und Flexibilität bei herv verragenden Petwesistens ausselchnen.

-

PAGE 18/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

.

LP Presymes

Beleggiel 7c

our Durchführung des Versuches wird der gleiche Folymerisations reskter verwendet, wie der is Beighish 1 beschrisben vurde. In die 1. Reaktionszone gibt man stündlich 316 k lähylen geneinsem mit 0,5 k Propan als Kettenregier. in Bingang der 2. Besktionssons werden des die 1. Zone verlansenden Reaktionsgemisch stündlich 312 k eines Gemisches von Kinylen und Propen der gleichen Kundsieszwensstring wie es in der 1. Sone verwendet wird, sugeführt.
gleichzeitig werden stündlich 12,5 k Meleinsämpenhydrid au Ringeng der 2. Beaktionszone singespeist. Die Polymorisetion erfolgt
bei einem Druck von 1550 at und Meriaeltempersturen von 217 °C
in der 1. Zone und 222 °C in der 2. Zone.

Ale Initiator, dar als 3 %ige lösung in Perefrindl am Eingang der jageiligen Beaktlonskone getrunnt von Monomeren sugelührt wird, wird t-Botylgerbonsvet verwendet, worom je Zone 1,7 1 zudosiert warden. Die Menge ist so bemedsen, daß eine gielenbleibende Rask-tionstamporatur besteht.

ism erhält stämdlich 91,7 hy Polymeres mit elnem Schnelminder vom 7,4 g/10 min bal 150 °G und einem Dichte von 0,923 g/cm³ mit einem Gabatt von 24 den.-5 Maloinstureschydrid.

Des Polysorisst 1st n.s. negen folnor guten Heftfostigkeit als Obersugsmeterfal för estalle besonders goeigswet. BAD ORIGINAL

409816/1042

Die Bestismung der Sohnelkindiges erfolgt nach Idi 20995 "Plaste, Prifferfarten, Bestimming des Bohmelsinder von Polyäthylen mid Polyšthylemongounds" and die Bestimming der Dichten mach MT.

PAGE 20/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

. 15 ..

2340743

SE PIZZAPIZ

Patentanentriche:

1, Verfahren eur Herstellung von Polymerlegierungen von Homo-, Cound flerpolymerisaten des Äthylens, insbesondere nit Vinglacetat,
und flerpolymerisaten des Äthylens, insbesondere nit Vinglacetat,
bei prücken oberhalb 500 et und flesperaturan in Bereich von AOO
bei prücken oberhalb 500 et und flesen Bedingungen frede Radikale bildenden Initiatoren und gegebenenfalle Ketherregisein
in einem Swelsamsnrohrreskur, dadurch gekennselohnet, daß man
in der ersten der beiden Rasktinnszmen ein Gerisch aus
Kuhylen oder Athylen und Yinglacetat und einem resiteren Bonomeren, das alternierend mit Athylen und/oder Vicylacetat polymerisationsfähig ist oder das eine mesentläch höbere Beaktivität
als mindestens eine dieser beiden Kemponenten besitet, bei Drükkan von 1200 bis 3500 at und flempenschuren von 100 bis 350 ^O
kan von 1200 bis 3500 at und flempenschuren von 100 bis 350 ^O
sonen nach erneuter Heaktionsgassutübr

a) kinglen oder ein Gemisch von kinglen und einem weiteum Monomeren. oden, falle in der ersten Hesktionskone ein Tirglecetat entbhaltendes Gemisch eingesetzt wurde.

b) Ethylen and Vinylecetat ofer Athylen, Vizylecetat und ein woiteros koncueres,

das alternierend mit Athylan und/oder Vioylasetat polymerialert oder eine wesentilch höhere Reskrivität hesität ale mindestens... eine dieser beider Komponenton, sei Drücken von 1950 bis 3450 atward Resperaturan von 150 bis 400 °0 weiterpolyserisiant, wobei

409816/1042

PAGE 21/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

BAD CRICKLAL

40981671042

2340743

11 7122/7123

100 : 1,5 bis 100 : 95 und das Molverhälfnis das in der jeweilik gen Beaktionszone eingesetzten Kthylens : Teitsenen Monomeren der erstan Resktlonssons und des kolverbiltnis des in der j the mardwale Beaktlanetengemete 4 bis 100 00 hibse ist als seiligen Reaktionssone singesetsten ithylens : Yin'lacetat 100 : 0,004 bis 100 : 7 betragt.

- akamating programmersides konomansa kaletnésurgandydrid ver-terniereni polymerisiorendes konomansa kaletnésurgandydrid verpsychol 1, dedurch gakannasichnist, daß als el-Terration pack wendet wird.
- 3. Verfainen nach insyruch i und 2, decomot gekennssichnet, daß das 0,05 bis 10 lbli-\$ der Cesssbromemerenge sor Polymerisation alternierend polymerisiarende Monomers in Konsentrationen von eingesstet mird.
 - weiters Monomes, die wesenflich schuslier els Athylen und/oder Tingliscotat polymeristeren; solobe versendst serden, deren Ver-4. Verrebren nach insprint 1, dadurch gekennseichnet, daß als

hiltnis der r-Werte

bel der Berpelgmariestion mit Athylen und Finylaceftat gegenüber ✓ O¹ COM TEST als reiteres konomeros, das sine vesuntiion höhere Reaktivitekt acrylet; Viryllderchlorid; Methylnothecrylet; n-Butylesthrory. kinglen und/edar Tinglacetet besitzt, n-Bubyleorylat, Bethyl-5. Verfahren mach Anspruch 1 und 4, dadurch gekermseichnet, daß und/oder Treiteres Lonomers 8 Twelteres Beneustes

PAGE 22/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

ı

2340743

11P 7122/7123

lat, Aorylnitril, M-Isopropylacrylanid, M-Phenylmethacrylanid, t-Butylmethacrylat, Methacrylaime und best oder Kthylacrylat verrendet eind.

6. Verfehren nach Anspruch 1,4 und 5. dadumch gekennseichnet, daß die weiteren Moncesten in Konsentrationen von 0,1 his 2,9 Hol-5 das Gesemtättgjens der jawelligen Reaktionesons eingesetzt werden

7. Terrebren nach inspruch i und 4. dedurch gekeunseichnet, daß els welters Monomare, die wesentiich schneller als Athylan und/oder vinglassist polynemisieren, Verbindungen eingesetzt worden, die nehr els birmitionelleind.

6. Verfahren mach Arsprogh 1,4 und 9, dedunch gakenmzeichmet, daß als Ferbindung die mehr als biffahtionell ist, ein Honomeres mit konjugierhen Doppelbindungen, sur Doppelbindung «-etändigen OG-Gruppen oder eine Allylverbindung, besonders Hexadien-1,5, Dieliyligigigi, eiglieldiscrytet, digkoldimethaerylut, Dieliyladina, und allyladunget verwendet wird.

9, Verfahren nanh inspruch 1,7 und B, dadurch gekannsalchnet, daß
die mehr als bifunktionelle Verbindung in Bengen von 0,005 bis
5 mol.-% des Gesautöffnylens der jewelligen Benktionszone eingesetut wird.

5 Mole % des GenautStrylens for jewelligen Benktionszone elbgesetut wird.
10. Ferfeiren nach Anspruch 1 bis 9, dadurch gekenzseichnet, daß die
weiteren Monomeren in der eresen und ereiten Regktlonszone unterschiedlich sind.

PAGE 23/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44

EP 9122/7123

die Initiatorkonsentration in beidem Reaktionszonen 0,001 bla 11. Verfahren nach Anspruch 1 bis 9, dadurch gekenneeichnet, daß

tionsponen polymeristart werden, des des Resttionsganisch mit Verfahren nach inspruch 1 bis 10, dadunch gekennselohnet, daß die Resktionsgumische in der Heihonfolge in den beiden Henkder größeren Kottenüberträgerrirkung in der ersten Beaktions

PAGE 24/37 * RCVD AT 3/24/2004 3:09:00 PM [Eastern Standard Time] * SVR:USPTO-EFXRF-1/0 * DNIS:8729306 * CSID:704 331 7707 * DURATION (mm-ss):08-44